日本国特許庁 JAPAN PATENT OFFICE



別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日

Date of Application:

2000年 6月26日

出 願 番 号 Application Number:

特願2000-190631

出 願 人
Applicant(s):

住友金属工業株式会社

2001年 4月20日

特許庁長官 Commissioner, Japan Patent Office





特2000-190631

【書類名】

特許願

【整理番号】

D0171KP771

【あて先】

特許庁長官

【国際特許分類】

C30B 15/04

【発明の名称】

エピタキシャルウェーハの製造方法

【請求項の数】

3

【発明者】

【住所又は居所】

佐賀県杵島郡江北町上小田2201

住友金属工業株式会社シチックス事業本部内

【氏名】

小野 敏昭

【発明者】

【住所又は居所】

佐賀県杵島郡江北町上小田2201

住友金属工業株式会社シチックス事業本部内

【氏名】

田中 忠美

【発明者】

【住所又は居所】

佐賀県杵島郡江北町上小田2201

住友金属工業株式会社シチックス事業本部内

【氏名】

浅山 英一

【発明者】

【住所又は居所】

佐賀県杵島郡江北町上小田2201

住友金属工業株式会社シチックス事業本部内

【氏名】

西川 英志

【発明者】

【住所又は居所】

佐賀県杵島郡江北町上小田2201

住友金属工業株式会社シチックス事業本部内

【氏名】

宝来 正隆

【特許出願人】

【識別番号】

000002118

【氏名又は名称】

住友金属工業株式会社

【代理人】

【識別番号】

100103481

【弁理士】

【氏名又は名称】

森 道雄

【選任した代理人】

【識別番号】

100083585

【弁理士】

【氏名又は名称】 穂上 照忠

【手数料の表示】

【予納台帳番号】

038667

【納付金額】

21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】

明細書 1

【物件名】

図面 1

【物件名】

要約書 1

【包括委任状番号】 9711249

【包括委任状番号】 9710230

【プルーフの要否】

要

【書類名】明細書

【発明の名称】エピタキシャルウェーハの製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】

チョクラルスキー法による引上げの際に1200℃から1050℃の温度範囲での冷却速度を7.3℃/min以上として育成されたシリコン単結晶から切り出されたシリコンウェーハの表面上に、エピタキシャル層を成長させることを特徴とするエピタキシャルウェーハの製造方法。

【請求項2】

チョクラルスキー法による引上げの際に1200℃から1050℃の温度範囲での冷却速度を7.3℃/min以上とし、次いで1000℃から700℃の温度範囲での冷却速度を3.5℃/min以下として育成されたシリコン単結晶から切り出されたシリコンウェーハの表面上に、エピタキシャル層を成長させることを特徴とするエピタキシャルウェーハの製造方法。

【請求項3】

切り出されたシリコンウェーハ中の酸素濃度が $12 \times 10^{17} a toms / cm^3$ (ASTM'79)以上であることを特徴とする請求項1または請求項2に記載のシリコン単結晶の製造方法。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】

本発明は、半導体の集積回路素子に使用されるエピタキシャルウェーハの製造方法に関し、さらに詳しくは、チョクラルスキー法(以下、「CZ法」という)による引上げ時の熱履歴が制御されたシリコン単結晶から得られ、優れたゲッタリング作用を発揮することができるエピタキシャルウェーハの製造方法に関するものである。

[0002]

【従来技術】

近年、シリコン半導体デバイスの集積高密度化は、急速に進展しており、デバ

イスを形成するシリコンウェーハの品質に関する要求は厳しくなっている。例えば、ウェーハ上でデバイスが形成される、いわゆる「デバイス活性領域」において、転位等の結晶欠陥や金属系不純物はリーク電流の増大やキャリアのライフタイム低下原因となることから、高集積化で形成される回路が微細になるにともない、一層厳しく制限される。

[0003]

従来から、半導体デバイス用として、CZ法によって製造されたシリコン単結晶から切り出されたウェーハが用いられている。このウェーハには、通常、10¹⁸ atoms/cm³程度の過飽和な酸素が含まれている。この酸素はデバイス形成時の熱履歴によって、酸素析出核を形成し、転位や積層欠陥などの結晶欠陥を形成する。しかし、デバイスの製造過程で、フィールド酸化膜のLOCOS (local oxid ation of silicon) による形成やウエル拡散層の形成時に、1100℃程度で数時間保持されるため、ウェーハ表面近傍では酸素の外方拡散によって、厚さ数十μm前後の結晶欠陥のない、いわゆるDZ層 (denuded zone)が形成される。このDZ層がデバイス活性領域となるので、結晶欠陥の発生が自然に抑制されていた。

[0004]

ところが、半導体デバイスの微細化にともない、ウエル形成に高エネルギーイオン注入が採用され、デバイスプロセスが1000℃以下の低温で行われるようになると、上記酸素外方拡散が十分に起こらず表面近傍でDZ層が十分に形成されなくなる。このためウェーハの低酸素化が行われてきたが、結晶欠陥の発生を完全に抑制することは困難であった。

[0005]

このようなことから、結晶欠陥をほぼ完全に含まないエピタキシャル層をウェーハ上に成長させたエピタキシャルウェーハが開発され、高集積化デバイスに多く用いられるようになっている。しかし、結晶の完全性が高いエピタキシャルウェーハを用いても、その後のデバイス工程におけるエピタキシャル層の金属不純物汚染によって、デバイス特性が悪化することになる。

[0006]

このような金属系元素の不純物による汚染は、集積が高密度化するほどプロセ

スも複雑になって、その機会が増加し影響も大きくなってくる。汚染の排除は基本的にはプロセス環境および使用材料のクリーン化にあるが、デバイスプロセスにおいて完全になくすことは困難であり、その対処手段としてゲッタリング技術が必要になる。これは、汚染により侵入してきた不純物元素をデバイス活性領域外の場所(シンク)に捕獲し、無害化する手段である。

[0007]

ゲッタリング技術としては、デバイスプロセスの熱処理中に自然に誘起される酸素起因の酸素析出物を利用して不純物元素を捕獲する、イントリンシックゲッタリング (intrinsic gettering、以下、単に「IG」とする)と呼ばれるものがある。しかし、エピタキシャル工程で1050℃~1200℃の高温熱処理がウェーハに施されると、シリコン単結晶から切り出されたウェーハに内在する酸素析出核が縮小、消滅し、その後のデバイスプロセスにおいて、ウェーハ内にゲッタリング源となる酸素析出物を充分に誘起することが困難になる。このため、このゲッタリング技術を適用しても、プロセス全体にわたって金属不純物に対して充分なIG効果を望めないという問題が生じる。

[0008]

従来から、このような問題を解決するため、デバイスでのエピタキシャル工程前にウェーハを600~900℃で熱処理を行い、酸素析出核をエピタキシャル工程で施される高温熱処理でも消滅しにくいサイズに成長させる方法が提案されている(例えば、特開平8-339024号公報参照)。

[0009]

具体的には、提案された方法によれば、デバイス処理前の熱処理によって、結晶中の酸素析出核のサイズを増大させ、十分に熱的安定性を増加させる。その後に、エピタキシャル工程での高温熱処理を施したとしても、ウェーハ中の酸素析出核は縮小、消滅することがない。そして、エピタキシャル工程後も残存した酸素析出核は、デバイス工程の初期段階から酸素析出物を形成しゲッタリングのシンクとして有効に作用するので、優れたIG効果を期待できるとしている。しかし、提案された方法ではシリコンウェーハ製造工程で、上記の熱処理が新たなプロセスとして必要になり、エピタキシャルウェーハの製造コストを増大させると

いう問題がある。

[0010]

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、上述したエピタキシャルウェーハ製造における問題に鑑みてなされたものであり、シリコン単結晶の引上げ後に新たな熱処理プロセスを必要とせず、エピタキシャル工程後においても酸素析出物の熱安定性が得られ、優れたIG効果を発揮することができるエピタキシャルウェーハの製造方法を提供することを目的としている。

[0011]

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、CZ法によるシリコン単結晶の引上げ時の冷却速度が単結晶中に形成された酸素析出核の熱安定性に及ぼす結晶熱履歴の影響を調査するために、直径4"のシリコン単結晶を用いて、途中過程での引上げ速度の変更実験を行った。

[0012]

具体的な実験の方法としでは、引上げ速度が1.0mm/minで長さ500mmまで直胴部を育成し、長さ500mmの時点で引上げ速度を0.5mm/min、1.6mm/minまたは2.0mm/minに変化させて、長さ550mmまで育成する。その後は、再び、引上げ速度を1.0mm/minに戻して、そのまま850mmまで育成した後、テール絞りを行って引上を終了する。

[0013]

このようにして育成された単結晶は、引上げ速度の変更にともなって、引上げ速度を減速した場合には、減速開始時の温度から低温側へ100℃前後の温度範囲で徐冷され、一方、引上げ速度を増速した場合には、増速開始時の温度から低温側へ100℃前後の温度範囲で急冷されることになる。引上げ後に、単結晶のうち1400~600℃の温度範囲で冷却された部位からサンプルを切り出して、高温熱処理として1100℃×16hrの処理を行い、熱処理で誘起された欠陥の個数を測定することによって、CZ法による引上げで形成された酸素析出物の熱安定性について調査した。

[0014]

図1は、CZ法による途中過程での引上げ速度の変更実験による熱処理で誘起された欠陥密度と引上げ速度変更開始時の温度との関係を示す図である。図1中では、引上げ速度を1.0mm/minから0.5mm/minに変更した場合をA結晶(徐冷)、同じく1.0mm/minから1.6mm/minに変更した場合をB結晶(急冷)、さらに1.0mm/minから2.0mm/minに変更した場合をC結晶(急冷)で示している。

[0015]

図1に示す結果から、1200℃から1050℃の温度範囲を急冷することによって、 熱処理で誘起される欠陥密度、すなわち、酸素析出物の密度が著しく増大するこ とが分かる。このとき、B結晶とC結晶とを比較すると、より急冷処理となるC 結晶の方が欠陥密度が増加している。さらに、1000℃から700℃の温度範囲を徐 冷することによっても、酸素析出物の密度が安定して増大することが分かる。

[0016]

本発明は、上述したCZ法による引上げ速度変更実験によって得られた知見に基づいて完成されたものであり、CZ法によって熱履歴が制御されて引上げられたシリコン単結晶から得られるエピタキシャルウェーハの製造方法に関するものである。具体的には、前記請求項1~3に記載されるエピタキシャルウェーハの製造方法を要旨としている。

[0017]

請求項1に記載されるエピタキシャルウェーハの製造方法は、CZ法による引上げの際に1200℃から1050℃の温度範囲での冷却速度を7.3℃/min以上として育成されたシリコン単結晶から切り出されたシリコンウェーハの表面上に、エピタキシャル層を成長させることを特徴としている(以下、「第1の方法」という)

[0018]

引上げの際に冷却する温度範囲を1200℃から1050℃と限定するのは、前記図1の結果から明らかなように、この温度範囲を急冷することによって、熱処理によって誘起される欠陥個数が増加し、酸素析出物の密度を増大させることができるからである。これにより、優れたIG効果が発揮される。

[0019]

さらに、冷却速度を7.3℃/min以上の急冷と規定しているのは、上述の引上げ速度変更試験でB結晶によって確保される冷却速度であり、十分な冷却効果が発揮されることを確認している。さらに、C結晶によって確保される冷却速度で、8.5℃/min以上の急冷とするのが望ましい。

[0020]

第1の方法では、引上げの際に1200℃から1050℃の温度範囲で7.3℃/min以上で急冷することによって、固液界面で取り込まれた空孔の凝集を阻止できて、残留空孔の濃度を高く保つことができる。これによって、酸素析出核が形成する自由エネルギーが低下し、従来よりも高温の温度領域から酸素析出核の成長が開始されるため、酸素析出核そのものの熱的安定性が増し、エピタキシャル成長後のデバイスプロセスの熱処理においても十分に酸素析出物を生成できる。

[0021]

したがって、第1の方法では、上述の通り、熱履歴が制御されたシリコン単結 晶から切り出されたシリコンウェーハの表面上に、エピタキシャル層を成長させ ることによって、エピタキシャル工程前に新たに熱処理プロセスを施すことなく 、デバイス工程の初期段階から十分に I G効果を発揮させることができる。

[0022]

請求項2に記載されるエピタキシャルウェーハの製造方法は、CZ法による引上げの際に1200℃から1050℃の温度範囲での冷却速度を7.3℃/min以上とし、次いで1000℃から700℃の温度範囲での冷却速度を3.5℃/min以下として育成されたシリコン単結晶から切り出されたシリコンウェーハの表面上に、エピタキシャル層を成長させることを特徴としている(以下、「第2の方法」という)。

[0023]

引上げの際に制御される冷却工程のうち前工程で規定する1200℃から1050℃の温度範囲での急冷は、第1の方法による冷却と同じ作用、効果が発揮される。さらに、次工程で規定する1000℃から700℃の温度範囲で徐冷することとしているのは、前記図1の結果から、核生成した酸素析出核を成長させ、より安定させることができるからである。

[0024]

上記1000℃から700℃の温度範囲での冷却速度を3.5℃/min以下の徐冷と規定 しているのは、前記図1の引上げ速度変更試験に基づくものであり、酸素析出物 の密度を安定して増大させるのに十分な徐冷効果が発揮されるからである。

[0025]

第2の方法であっても、上記のように熱履歴が制御されたシリコン単結晶から切り出されたシリコンウェーハの表面上に、エピタキシャル層を成長させることによって、第1の製造方法と同様に、新たに熱処理プロセスを施さなくとも、エピタキシャル処理によって酸素析出核が縮小、消滅することがない。

[0026]

請求項3に記載されるエピタキシャルウェーハの製造方法は、上記第1、第2の方法において、切り出されたシリコンウェーハ中の酸素濃度を 12×10^{17} atoms /cm 3 (ASTM 79) 以上にすることを特徴としている。

[0027]

CZ法によって製造されたシリコン単結晶には、所定濃度の酸素が含まれるが、含有される酸素濃度が不足すると、ウェーハ強度が著しく低下したり、十分な I G効果が発揮できなくなる場合がある。そのため、第1、第2の方法で酸素析 出核の安定性を有効に確保できるように、酸素濃度を12×10¹⁷ atoms/cm³ (ASTM '79) 以上にするのが望ましい。

[0028]

【発明の実施の形態】

本発明のエピタキシャルウェーハの製造方法では、CZ法によって引上げられるシリコン単結晶に熱履歴として特定の温度範囲における冷却速度を規定している。引上げの際にこの熱履歴をシリコン単結晶に付加するには種々の方法があるが、例えば、CZ法による製造装置で用いられる熱シールド材を最適化することによって可能になる。

[0029]

図2は、本発明で用いられるCZ法によるシリコン単結晶の製造装置の構成を 説明する図である。装置の中心位置に坩堝1が配され、石英製容器1aとこの外側 に嵌合された黒鉛製容器1bとから構成されている。坩堝1の外周には、加熱ヒーター2が同心円筒状に配設され、坩堝1内にはこの加熱ヒーターにより溶融された融液3が収容されている。坩堝1の上方には、引上げ軸4が種結晶5を装着して、回転、および昇降可能に垂設され、種結晶5の下端から単結晶6を成長させていく。そして、育成される単結晶6を囲繞して熱シールド材7が配置される。

[0030]

図3は、熱シールド材を最適化した例を示す図である。第1の方法では、1200 ℃から1050℃の温度範囲で急冷することとしているが、これを達成するため、図3に示すように、熱シールド材7に冷却筒8を組み込ませ、冷却液を循環させることによって、引上げられる単結晶を1200℃~1050℃の温度範囲で急冷させることができる。

[0031]

図4は、熱シールド材を最適化した他の例を示す図である。第2の方法は、第1の方法に加えて1000℃から700℃の温度範囲で徐冷することとしてしている。図4に示すように、熱シールド材7に冷却筒8を組み込ませて、冷却液を循環させることで、1200℃~1050℃の温度範囲で冷却速度を高め、さらに熱シールド材7の断熱材を薄くすることによって、ヒーター2からの熱輻射量を増加させて、シリコン単結晶の1000℃~700℃の温度範囲での冷却速度を低めている。このように熱シールド材の最適化を選択することによって、1200℃~1050℃の温度範囲の冷却速度を7.3℃/min以上にして、同時に1000℃~700℃の温度範囲での冷却速度を3.5℃/min以下にすることができる。

[0032]

本発明のエピタキシャルウェーハの製造方法では、CZ法による引上げで熱履歴が制御されたシリコン単結晶を切り出してウェーハとし、その表面を研磨、洗浄後にエピタキシャル層を形成することとしている。本発明の製造方法においては、エピタキシャル層を成長させる際に、上述の単結晶を切り出したウェーハ表面に、気相成長法の熱分解法など、結晶欠陥のないエピタキシャル層の形成方法であればどんな方法でも適用することができる。

[0033]

【実施例】

本発明の効果を確認するため、下記の実施例1~3に基づいて試験を実施した。ただし、本発明の内容は、これらの実施例に限定されるものではない。 (実施例1)

実施例 1 は、第 1 、第 2 の方法で規定する条件から外れた比較例であって、前記図 2 に示す製造装置を用いて、8 インチ、p型(100)のシリコン単結晶を製造した。引上げ時の条件は、1200 $\mathbb C$ から1050 $\mathbb C$ の温度範囲での冷却速度を2.5 $\mathbb C$ $\mathbb C$ /minとし、次いで1000 $\mathbb C$ から700 $\mathbb C$ の温度範囲での冷却速度を1.2 $\mathbb C$ /minとして、結晶中の初期酸素濃度は 13.9×10^{17} atoms/ $\mathbb C$ m³(ASTM'79)とした。

[0034]

製造された単結晶からウェーハを切り出して、表面研磨、洗浄後に、堆積温度が1150℃の条件でエピタキシャル層を成長させて、サンプル1のウェーハとした。次に、これらのウェーハを1000℃で16時間で熱処理し、ウェーハを劈開してライトエッチング液で5分間の選択エッチングを行って、光学顕微鏡にてエッチングピット密度をカウントして、ウェーハ中に形成された熱処理誘起の欠陥密度を測定した。これらの測定結果を表1に示す。

[0035]

【表1】

表1

		1100℃~1050℃	1000°C∼700°C	初期	熱処理誘起
区分	サンブル	範囲の冷却速度	範囲の冷却速度	酸素濃度	欠陥密度
		(℃/nin)	(℃/min)	(atoms/cm ³)	(/cm²)
実施例 1	サンプル1	*2.5°C/min	1.2°C/min	13.9×10 ¹⁷	<1×10 ²
実施例 2	サンプル2	8.2°C/min	5.2°C/min	10.2×10 ¹⁷	6.8×10 ³
	サンプル3	7.4°C/min	5.6°C/min	12.5×10 ¹⁷	2.8×10 ⁴
実施例3	サンブル4	8.2°C/min	3.2°C/min	9.7×10 ¹⁷	1.5×10 ⁴
	サンプル 5	9.2°C/min	3.4°C/min	13.2×10 ¹⁷	5.4×10 ⁴

注) 表中で*を付したものは、本発明で規定する範囲外であることを示す。

サンプル1は、1200℃~1050℃の温度範囲での冷却速度が2.5℃/minと規定する範囲外であったため、酸素析出物はほとんど観察されず、欠陥密度は光学顕微

鏡の検出下限に達しないものであった($< 1 \times 10^2$)。

(実施例2)

実施例2では、第1の方法の効果を確認するため、図3に示す熱シールド材を使用した単結晶製造装置を用いて、8インチ、p型(100)のシリコン単結晶を製造した。引上げ時の1200℃から1050℃の温度範囲での冷却速度および1000℃から700℃の温度範囲での冷却速度は、表1に示す通りとして、結晶中の初期酸素濃度は低酸素水準(サンプル2)および高酸素水準(サンプル3)の2水準とした。このときの酸素濃度および冷却速度を表1に示す。

[0036]

製造された単結晶からウェーハを切り出して、表面研磨、洗浄後に、堆積温度が1150℃の条件でエピタキシャル層を成長させ、実施例1と同様に、ウェーハ中に形成された熱処理誘起の欠陥密度を測定した。これらの測定結果を表1に示す

[0037]

サンプル 2、 3 は、実施例 1 のサンプル 1 に比較して、十分な欠陥密度を得ることができた。さらに、サンプル 2、 3 を比較すると、初期酸素濃度が 12×10^{17} atoms/cm³ (ASTM 79) 以上であるサンプル 3 は、熱処理誘起の欠陥密度が 2.8×10^4 /cm²となり、安定した酸素析出物が得られていることが分かる。

(実施例3)

実施例3では、第2の方法の効果を確認するため、図4に示す熱シールド材を使用した単結晶製造装置を用いて、8インチ、p型(100)のシリコン単結晶を製造した。引上げ時の1200℃から1050℃の温度範囲での冷却速度および1000℃から700℃の温度範囲での冷却速度は、表1に示す通りとして、結晶中の初期酸素濃度は低酸素水準(サンプル4)および高酸素水準(サンプル5)の2水準とした。このときの酸素濃度および冷却速度を表1に示す。

[0038]

製造された単結晶からウェーハを切り出して、表面研磨、洗浄後に、堆積温度が1150℃の条件でエピタキシャル層を成長させ、実施例1と同様に、ウェーハ中に形成された熱処理誘起の欠陥密度を測定した。これらの測定結果を表1に示す

[0039]

第2の方法によるサンプル4、5は、第1の方法によるサンプル2、3に比べ、初期酸素濃度の影響を除くと、熱処理誘起の欠陥密度を増加させることができる。さらに、サンプル4、5を比較すると、初期酸素濃度が 12×10^{17} atoms/cm³ (ASTM'79) 以上であるサンプル5は、熱処理誘起の欠陥密度が 5.4×10^4 /cm²となり、安定した酸素析出物が得られ、十分なIG効果が発揮されることが分かる

[0040]

【発明の効果】

本発明のエピタキシャルウェーハの製造方法によれば、シリコン単結晶の引上 げ後に新たな熱処理プロセスを必要とせず、エピタキシャル工程後においても酸 素析出物の熱安定性が得られ、優れた I G効果を発揮することができるエピタキ シャルウェーハを製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】

CZ法による途中過程での引上げ速度の変更実験による熱処理で誘起された欠陥密度と引上げ速度変更開始時の温度との関係を示す図である。

【図2】

本発明で用いられるCZ法によるシリコン単結晶の製造装置の構成を説明する 図である。

【図3】

熱シールド材を最適化した例を示す図である。

【図4】

熱シールド材を最適化した他の例を示す図である。

【符号の説明】

1:坩堝、 la:石英製容器

1b:黒鉛製容器、 2:加熱ヒーター

3:融液、 4:引上げ軸

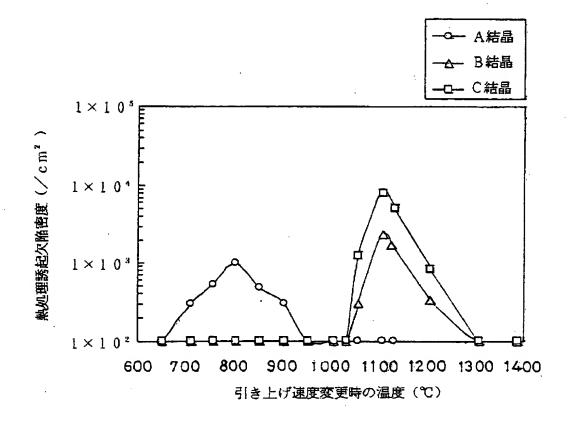
特2000-190631

5:種結晶、 6:単結晶

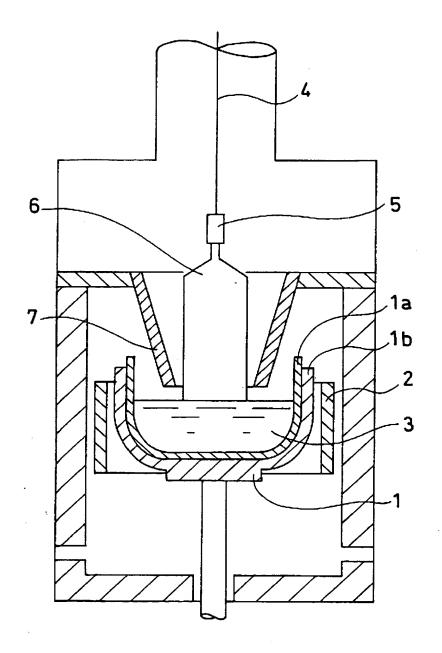
7:熱シールド材、 8:冷却筒

【書類名】図面

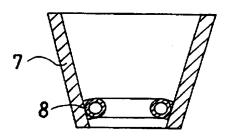
【図1】



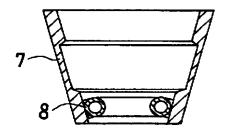
【図2】



【図3】



【図4】



【書類名】要約書

【要約】

【課題】新たな熱処理プロセスを必要とすることなく、優れたIG効果を発揮するエピタキシャルウェーハを製造することができる。

【解決手段】

(1) CZ引上げの際に1200℃から1050℃の温度範囲での冷却速度を7.3℃/min以上として育成された単結晶から切り出されたウェーハの表面上に、エピタキシャル層を成長させることを特徴とするエピタキシャルウェーハの製造方法である。
(2) さらに、CZ引上げの際に、1000℃から700℃の温度範囲での冷却速度を3.5℃/min以下として育成された単結晶から切り出されたウェーハの表面上に、エピタキシャル層を成長させることを特徴とするエピタキシャルウェーハの製造方法である。

上記の切り出されたシリコンウェーハ中の酸素濃度が $12 \times 10^{17} \mathrm{atoms/cm}^3$ 以上にするのが望ましい。

【選択図】なし

認定・付加情報

特許出願の番号

特願2000-190631

受付番号

50000794754

書類名

特許願

担当官

第五担当上席

0094

作成日

平成12年 6月27日

<認定情報・付加情報>

【提出日】

平成12年 6月26日

出願人履歴情報.

識別番号

[000002118]

1. 変更年月日

1990年 8月16日

[変更理由]

新規登録

住 所

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

氏 名

住友金属工業株式会社